

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-17271

(43)Date of publication of application : 21.06.1994

(51)Int.Cl.

C09K 11/06  
H05B 33/14

(21)Application number : 05-171552

(71)Applicant : EASTMAN KODAK CO

(22)Date of filing : 12.07.1993

(72)Inventor : MOORE CHRISTOPHER PETER  
VANSLYKE STEVEN A  
GYSLING HENRY J

(30)Priority

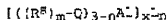
Priority number : 92 912376 Priority date : 13.07.1992 Priority country : US

## (54) LIGHT EMITTING COMPOSITION AND INTERNAL JUNCTION TYPE ORGANIC ELECTROLUMINESCENT DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a stable light-emitting compsn. which emits blue light in an org. electroluminescent device by incorporating an aluminum chelate expressed by a specified formula.

CONSTITUTION: This light-emitting compsn. contains an aluminum chelate expressed by the formula. In the formula, when (n) is 1, (x) is 1 or 2; when (n) is 2, (x) is 1; (m) is 1 to 6; L is a ligand, the donor atom of which is selected from the IVa group to VIIa group and which is independently selected from the group consisting of -R, -Ar, -OR, -ORAr, -OC(O)R, -OP(O)R2, -SeAr, -TeAr, -SAr, -X, -OS(O2)Ar, -OSR3, -OB(OR)2, -OSiAr3 or the like (R is a 1-6C hydrocarbon; X is a halogen; Ar is a 6-36C aryl group and when (n) is 1 and (x) is 1, the ligand is not present in a phenolic group); Q is a subst. 8-quinolinolate ligand; Rs is an 8-quinolinolate ring substituent which sterically hinders bonding of more than two subst. 8-quinolinolate ligands to the Al atom.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

07.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3445315

3

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3445315号  
(P3445315)

(45) 発行日 平成15年9月8日 (2003.9.8)

(24) 登録日 平成15年6月27日 (2003.6.27)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I
C 0 7 F 5/06		C 0 7 F 5/06 E
		F
C 0 9 K 11/06	6 6 0	C 0 9 K 11/06 6 6 0
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14

請求項の数 2 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願平5-171552	(73) 特許権者	590000846 イーストマン コダック カンパニー アメリカ合衆国, ニューヨーク14050, ロチェスター, ステイト ストリート 343
(22) 出願日	平成5年7月12日 (1993.7.12)	(72) 発明者	クリストファー ビーター ムーア イギリス国, ミドルセックス エイチエ ー2 9 キューエル, ハロウ, レイナー ズ レーン, トーベイ ロード 158
(65) 公開番号	特開平6-172751	(74) 代理人	100077090 弁理士 宇井 正一 (外4名)
(43) 公開日	平成6年6月21日 (1994.6.21)		
審査請求日	平成12年6月7日 (2000.6.7)		
(31) 優先権主張番号	9 1 2 3 7 6		
(32) 優先日	平成4年7月13日 (1992.7.13)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
		審査官	渡辺 陽子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウムキレート化合物及び内部接合型有機電界発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下式で示されるアルミニウムキレート化合物。

$[(R^1)_n - Q]_{3-n} Al L_n$

上式中、

nは1又は2であり、

mは1～6の範囲にあり、

Qは、各場合において、置換8-キノリノラト配位子を表し、

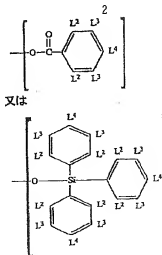
R<sup>1</sup>は、置換8-キノリノラト配位子が該アルミニウム

原子に2個よりも多く結合することを立体的に妨害する

8-キノリノラト環置換基を表し、そして

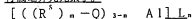
Lは下式の一方を表す。

【化1】



(上式中、 $L^1$ 、 $L^2$ 、 $L^3$ 及び $L^4$ は、全体で18個以下の炭素原子を含有する置換基であって、各々独立に、水素、炭素原子数1~12の炭化水素基、シアノ基及びアミノ基からなる群より選ばれる。)

【請求項2】 順に、アノードと、有機正孔注入及び輸送帯域と、有機電子注入及び輸送帯域と、そしてカソードとを含んで成り、該有機電子注入及び輸送帯域が、該カソードと接触している電子注入層を含んで成る、内部接合型有機電界発光素子であって、該電子注入層と該有機正孔注入及び輸送帯域との間に、下式で示されるアルミニウムキレート化合物を含んで成る発光層が挿入されていることを特徴とする内部接合型有機電界発光素子。



上式中、

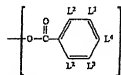
nは1又は2であり、

mは1~6の範囲にあり、

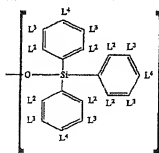
Qは、各場合において、置換8-キノリノラト配位子を表し、

$R^1$ は、置換8-キノリノラト配位子が該アルミニウム原子に2個よりも多く結合することを立体的に妨害する8-キノリノラト環置換基を表し、そしてLは下式の一方向を表す。

【化2】



又は



(上式中、 $L^1$ 、 $L^2$ 、 $L^3$ 及び $L^4$ は、全体で18個以下の炭素原子を含有する置換基であって、各々独立に、水素、炭素原子数1~12の炭化水素基、シアノ基及びアミノ基からなる群より選ばれる。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、新規組成物の  $\left[ \left( (R^1)_n - Q \right) - a, \quad A1 \right] L$  に関する。さらには、この新規組成物を内部接合型有機電界発光素子に利用する。

【0002】

【従来の技術】 励起されて発光することができる、通常発光材料または発光体と呼ばれている材料は、様々な用途に使用することができる。簡単な用途では、発光体を使用し、紫外線を吸収させて可視光を発生させることができる。別の用途では、各種の様々な励起放射線源、例えば電子、 $\alpha$ 粒子または $\beta$ 粒子、 $\gamma$ 線またはX線を使用することができる。さらに別の型の、電界発光(エレクトロルミネッセンス)と呼ばれている用途では、正孔-電子対の再結合によって、発光のエネルギー源を励起することができる。

【0003】 多くの発光体用途には、薄い(<1mm)フィルム状の発光体が必要である。薄膜を構成するために用いられている発光体の特別な例が、米国特許第4,539,507号、同第4,769,282号、同第4,720,432号、同第4,805,211号、同第4,950,950号、同第5,150,006号及び同第5,141,671号明細書に記載されている。

【0004】 米国特許第5,150,006号及び同第5,141,671号明細書では、二つの2-メチル-8-ヒドロキシキノリン(2MQ)配位子が、アルミニウムに錯体化されている。米国特許第5,150,006号明細書では、発光成分として構造式(2MQ):  $A1OAr$  (2MQ); で示される酸架橋錯体を含んで成る、高効率の電界発光素子が記載されている。米国特許第5,141,671号明細書は、効率は低い安定性の高い構造式(2MQ):  $A1OAr$  (式中、Arはフェニルまたは置換フェニル部分を表す)を教示している。米国特許第5,141,671号明細書に記載されている方法では、トリス錯体  $A1(2MQ)_3$  は形成できなかったが、これは3個の2MQ配位子が1個のアルミニウムに有効に配位できなかったためである。

【0005】 (2MQ):  $A1OAr$  化合物が発見されるまでは、(2MQ):  $A1OAr$  (2MQ); 以外の、 $A1$ と2-メチル-8-ヒドロキシキノリンとの単離可能な錯性金属キレートは知られていなかった。残念ながら、(2MQ):  $A1OAr$ を調製するのに用いられる合成方法には限界があり、電界発光素子において発光性化合物として有用であると考えられていたフェノール以外の第三配位子と2-メチル-8-ヒドロキシキノリンとのアルミニウムキレートの合成が不可能であった。例えば、フェノールではない安息香酸をアルミニウムイソプロポキシド及び2-メチル-8-ヒドロキシキノリンと反応させることによってある化合物を調製しようとすると、上記の特許明細書に記載されている製法では、(2MQ):  $A1OAr$  (2MQ); 化合物が形成された。

【0006】 本発明の新規組成物を使用することができる用途の一つは電界発光素子である。電界発光素子(本明細書では、以降EL素子とも称する)は、電界発光媒体によって空間的に分離されている電極を含有し、該媒

体が、電極間に印加される電位差に応じて発光する。

【0007】現在好ましいとされている形態では、有機EL素子は、アノードと、該アノードに接触している有機正孔注入及び輸送帯域と、該有機正孔注入及び輸送帯域との接合部を形成する電子注入及び輸送帯域と、そして該電子注入及び輸送帯域に接触しているカソードとを含んで成る。電極間に電位を与えると、正孔及び電子が、それぞれアノード及びカソードから有機帯域中へ注入される。素子内部の正孔-電子再結合によって発光が生じる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】この技術分野の課題は、不安定なトリス（8-キノリノラト）アルミニウム\*（I）

【0011】上式中、

nが1である場合にはxは1または2のいずれかであり、またnが2である場合にはxは1であり；

mは1～6の範囲にあり；

Lは、そのドナー原子が周期律表（使用した周期律表は、CRC's Handbook of Chemistry and Physics、第53版、Cleveland Rubber社、Cleveland, Ohio, 1973の前の裏表紙に記載されている）の第4a族～第7a族から選択されているいずれかの配位子であるが、但しn及びxが1である場合、該配位子はフェノール部分ではなく；

Qは、各場合において、置換8-キノリノラト配位子を表し；そして

R<sup>1</sup>は、置換8-キノリノラト配位子がアルミニウム原子に2個よりも多く結合することを立体的に妨害する8-キノリノラト環置換基を表す。

【0012】該新規化合物の用途の一つは、内部接合型有機電界発光素子を改善することに向けられる。該EL素子は、順に、アノードと、有機正孔注入及び輸送帯域と、有機電子注入及び輸送帯域と、そしてカソードとを含んで成る。

【0013】該EL素子の有機電子注入及び輸送帯域は、カソードに接触している電子注入層、並びに該電子注入層と該有機正孔注入及び輸送帯域との間に挿入されている電子輸送層、を含んで成る。該電子輸送層が新規化合物を含んで成る。

【0014】新規発光化合物は、混合配位子アルミニウムキレートを含んで成る。該キレートは、電荷受容性化合物として働き、またR<sup>1</sup>は、アルミニウム原子またはその他の等価ないずれかの原子、例えばホウ素、ガリウムもしくはインジウム、に2個よりも多い8-キノリノラト配位子が結合することを妨害するように選ばれた、8-キノリノラト環置換基である。これらの化合物は下式で表すことができる。

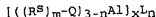
\* (III) キレートの発光特性を、安定な化合物で獲得することである。望まれている発光特性は、EL素子での青色発光である。従って、解決すべき最初の課題は、この所望の発光特性を与える安定なアルミニウムキレートを作出することである。解決すべき第二の課題は、この新規アルミニウムキレートを適切に発光させるための適当な手段を提供するEL素子を作り出すことである。

【0009】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明は、下式で示される新規発光化合物に関するものである。

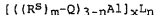
【0010】

【化3】



【0015】

【化4】



【0016】上式中、

nが1である場合にはxは1または2のいずれかであり、またnが2である場合にはxは1であり；

mは1～6の範囲にあり；

Lは、そのドナー原子が周期律表の第4a族～第7a族から選択されているいずれかの配位子であるが、但しn及びxが1である場合、該配位子はフェノール部分ではなく；

Qは、各場合において、置換8-キノリノラト配位子を表し；そして

R<sup>1</sup>は、置換8-キノリノラト配位子がアルミニウム原子に2個よりも多く結合することを立体的に妨害する8-キノリノラト環置換基を表す。

【0017】1個または2個の置換8-キノリノラト配位子と、ドナー原子が周期律表の第4a族～第7a族から選択されている1個または2個の配位子（但しn及びxが1である場合、該配位子はフェノール部分ではない）とを含むアルミニウムキレートを使用する利点は、トリス（8-キノリノラト）アルミニウム（III）キレートの望ましい物理特性のすべてが得られる点にある。

より詳細には、1個または2個の置換8-キノリノラト配位子と、ドナー原子が周期律表の第4a族～第7a族から選択されている1個または2個の配位子（但しn及びxが1である場合、該配位子はフェノール部分ではない）との組合せが、蒸気相から蒸着して有機EL素子の電子輸送層を形成することができるアルミニウムキレートを生ぜしめる。蒸着法は、有機EL素子の有機層配列を構築する好ましい方法である。蒸着法によつて、厚さ均一性が十分に制御されている非常に薄い層を堆積することが可能である。蒸着基や、正孔注入及び輸送帯

域に溶剤またはその他の余計な物質を接触させる必要がないので、こうした基板帯域の性能を劣化させたり、これを溶解または汚染することがない。蒸着法は、蒸着速度が制御できることや、素子構成の自由度及び融通性がより高いこと、といったさらなる利点を有する。有機EL素子で新規組成物を試験したところ、許容できる安定性が確認された（初期発光強度の少なくとも半分が25時間よりも長期間保持された）。

【0018】その最も簡単な態様では、配位子Lは、そのドナー原子が周期律表の第4a族～第7a族から選択されている場合に選ばれる。さらなる検討から、以下の実施例により例示されるように、式1のアルミニウムキレートにとって好ましい配位子は、n及びxが1である場合にLH非フェニール部分から由来することが決定された。ここでLHは、安息香酸とその誘導体及びトリフェニルシラノールとその誘導体から成る群から選択されるが、但し該基が有する炭素原子数は3～24個である。また、nが2である場合、LHはヒドロキシベンゼンまたは各種の炭化水素置換ヒドロキシベンゼン類、ヒドロキシナフタレン類及びその他の縮合環ヒドロキシ炭化水素類を含む。配位子部分のモノメチル置換が発光波長を短くすることが決定されたので、配位子が少なくとも7個の炭素原子を含有することが好ましい。一般に、非常に多数の炭素原子を含む配位子を使用することによって得られる利点はほとんど無い。しかしながら、18個の芳香族環炭素原子を含む配位子を検討したところ、高いレベルの安定性を示した。こうして、配位子は全部で7～18個の炭素原子を含有することが好ましい。

【0019】配位子のフェニール部分の脂肪族置換基は、各々が炭素原子を1～12個含有することを意図されている。フェニール部分のアルキル置換基は、炭素原子数が1～3個の範囲にあることが好ましいが、最良の全体特性は、メチル置換基を使用した場合に観測された。

【0020】フェニール部分の芳香族炭化水素置換基は、フェニル環またはナフチル環であることが好ましい。安息香酸及びシラノール部分のフェニル、ジフェニル及びトリフェニル置換は、どれも非常に望ましい有機EL素子特性を生ぜしめることが観測された。

【0021】 $\alpha$ -ナフトールまたは $\beta$ -ナフトール由来の配位子は、格別なレベルの安定性を示すアルミニウムキレートを生ぜしめることが観測された。ヒドロキシベンゼン由来のフェノラト配位子が示すのと同様に、より短い波長への限定された程度の発光シフトもまた実現される。後述のように、ナフトエ酸配位子含有アルミニウムキレートを青色発光性蛍光色素と組み合わせる使用することによって、非常に望ましい素子を構成することができる。

【0022】各種のフェノラト配位子のオルト、メタ及びパラ置換類似体の比較から、フェニル環上の炭化水素置換基の位置が寄与する性能の差は、あったとしてもほんのわずかであることが決定された。

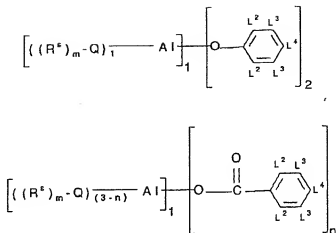
【0023】好ましい態様では、アルミニウムキレート配位子は以下の式を満たす。

【0024】

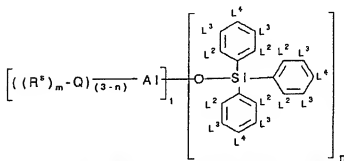
【化5】

式(II)

10



又は



【0025】上式中、 $R^s$ 、 $Q$ 及び $n$ は、先に定義した通りであり、そして $L^2$ 、 $L^3$ 及び $L^4$ は、集散的に18個以下の炭素原子を含有し、また各々は独立して水素、シアノ、アミノ、炭素原子数1〜12個の炭化水素基またはその他の慣例の置換基を表すが、但し $L^2$ と $L^3$ または $L^2$ と $L^4$ と一緒に縮合ベンゾ環を形成してもよい。

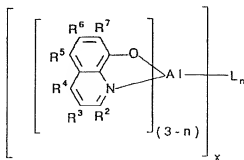
【0026】8-キノリノラト環の一方または両方が、\*

式(III)

\* 立体妨害性の置換基以外の置換基を含有することはできるが、環のさらなる置換は必要ではない。さらに、環1個当たり1個よりも多い置換基が立体妨害に寄与していることが認識される。各種の立体妨害性置換基の可能性は、以下の式を参照することによって最も容易に想定される。

【0027】

【化6】



【0028】上式中、Lは、先に記載したいずれの形態をとることも可能であり、また $R^1 \sim R^7$ は、環の2位～7位の各々における置換基を表す。環の4位、5位及び6位における置換基は、1個のアルミニウム原子に対する3個の8-キノリノラ上核の結合を立体的に妨害するための位置としては好ましくない。環の3位または7位における大きな置換基は十分な立体障害を付与できると考えられるが、かさ高い置換基の導入は、分子の性能を向上させることなく分子量を実質的に増加させるので、全体性能を低下させてしまう。一方、環の2位は立体障害を付与するのに適しており、環のこの位置では非常に小さな置換基（例えば、メチル基）でさえも効果的な立体妨害性置換基を提供する。合成の便宜上は、環の2位に立体妨害性の置換基を配置することが特に好ましい。本明細書中の用語「立体妨害性」は、 $(R^1)$ 、 $-Q$ 配位子が、アルミニウム原子の3番目の配位子としての導入にとって有効に配位することが通常はないことを示唆するために用いられている。

【0029】8-キノリノラ上環上の置換基もまた有用な色相移動作用をなすことも観測された。キノリン環は結合ベンゾ環及びビリジノ環からなる。キノリン環のビリジノ環部分が1個以上の電子供与性置換基で置換された場合、その効果は発光の色相を低波長側へ移動させる効果である。ビリジノ環のオルト位及びパラ位（すなわち、キノリン環の2位及び4位）における電子供与性置換基は、発光の色相に特に影響を及ぼすが、ビリジノ環のメタ位（キノリン環の3位）が発光の色相に与える影響は比較的小さい。立体障害は電子供与性や受容性とは全く無関係であり、また $R^1$ は電子供与性基または電子受容性基のいずれの形態をとることもできるが、しかしながら $R^1$ を電子供与性基の中から選択することが好ましい。第二の電子供与性基 $R^2$ を付加することによって、スペクトルの線部から離れた色相のさらなる移動が実現される。 $R^1$ は、存在する場合、合成上都合のよいいずれの形態をとることも可能であるが、これもまた電子供与性であることが好ましい。

【0030】対照的に、キノリン核のベンゾ環部分上の電子受容性置換基は、発光の色相をより短波長側へ移動させる。こうして、キノリン環の5位、6位及び7位のいずれか、または全部が、存在する場合には、電子受容性であることが好ましい。

【0031】特定の置換基が電子供与性であるか電子受容性であるかを決めることは、当業者であれば周知である。すべての共通の種類置換基を反映する、数百種の最も普通の置換基の電子供与性または電子受容性が決定され、定量化され、そして文献に記載されている。電子供与性及び電子受容性を最も一般的に定量化したものは、ハメット・シグマ値（Hammett sigma value）である。ハメット・シグマ値が負の置換基は電子供与性であり、反対にハメット・シグマ値が正の置換基は電子受容

性である。水素のハメット・シグマ値は零であり、その他の置換基は、その電子受容性または電子供与性に直接比例して正または負の方向に増加するハメット・シグマ値を示す。LangeのHandbook of Chemistry（第12版、McGraw Hill、1979年、Table 3-12、pp. 3-134～3-138）に、多数の通常見かける置換基のハメット・シグマ値が記載されている。ハメット・シグマ値は、フェニル環の置換に基づいて割り当てられているが、キノリン環に対する電子供与性及び電子受容性置換基を定性的に選択するのに使用可能な案内にはなる。

【0032】本発明の要件を満たす好ましい混合配位子アルミニウムキレートの特例な例を以下に記載する。

【0033】表I（ $(R^1)$ 、 $-Q$ ）：A1Lの例  
例  $LH * (R^1)$ 、 $-Q$ は2-メチル-8-ヒドロキシキノリン\*

- 1 安息香酸
  - 2 4-メチル安息香酸
  - 3 4-メトキシ安息香酸
  - 4 2-フェニル安息香酸
  - 5 4-フェニル安息香酸
  - 6 4-ジメチルアミノ安息香酸
  - 7 4-ジフェニルアミノ安息香酸
  - 8 4-シアノ安息香酸
  - 9 4-トリフルオロメチル安息香酸
  - 10 2-ナフトエ酸
  - 11 3-ヒドロキシ-2-ナフトエ酸
  - 12 9-アントロ酸 (9-anthracic acid)
  - 13 2-ピコリン酸
  - 14 酢酸
  - 15 トリフルオロ酢酸
  - 16 ベンゼンスルホン酸
  - 17 トリフルオロメタンスルホン酸
  - 18 ジフェニルホスホン酸
  - 19 トリフェニルシラノール
  - 20 トリス（4，4'-ビフェニル）シラノール
  - 21 テーパーノール
  - 22 ベンジルアルコール
  - 23 2-ビリジナルピノール
  - 24 ペンタフルオロフェノール
  - 25 2-（2-ヒドロキシフェニル）ベンゾキサゾール
  - 26 2-（2-ヒドロキシフェニル）ベンゾチアゾール
  - 27 ベンゼンチオール
- 【0034】表II（ $(R^1)$ 、 $-Q$ ）：A1Lの例  
例  $L * (R^1)$ 、 $-Q$ は2-メチル-8-ヒドロキシキノリン\*
- 28 i-フェニル
  - 29 フェニル
  - 30 クロロ

3 1 フェニルセレンニル

3 2 フェニルテルレニル

3 3 トリメチレンポリレート

【0035】表III  $((R^*)^-)$ 、 $-Q$   $AlL_1$  の例  
 例  $LH^+ * ((R^*)^-)$ 、 $-Q$  は2-メチル-8-  
 ヒドロキシキノリン\*

3 4 安息香酸

3 5 4-フェニルフェノール

3 6 フェノール

【0036】表IV  $((R^*)^-)$ 、 $-Q$   $AlL_1$   
 $((R^*)^-)$ 、 $-Q$  の例

例  $(LH)^+ * ((R^*)^-)$ 、 $-Q$  は2-メチル-8-  
 ヒドロキシキノリン\*

3 7 4, 4'-ビフェノール

3 8 テラフタル酸

3 9 フェニルポリ酸

【0037】 $n=1$  の場合の式 I で示した化合物では、再結晶化した置換 8-キノリノールの無水トルエン溶液を、アルゴン下でトリ- $n$ -ブチルアルミニウム溶液へ添加した。激しい気体発生が観測され、そして 10 分後に、アルゴン下でその混合物に配位子を、直接に、または無水トルエンに溶解してから添加した。 $n=2$  の場合の化合物については、適当な理論量の置換 8-キノリノールと配位子を混合した。反応混合物を加熱して 3~6 時間穏やかに還流させると、その間にクリーム色または黄色の沈澱物が生成した。その混合物を 0℃ に冷却した後、生成物を濾過して集めた。その濾液を 25~50℃ 体積% にまで濃縮し、0℃ に冷却し、そして生成した沈澱物を集めることにより、さらなる試料を得た。生成物は、クリーム色または黄色の粉末として得られ、またトルエンからの再結晶化や真空昇華法によりさらに精製することができた。

【0038】発光組成物は、上記の混合配位子アルミニウム (III) キレートの中のうちのいずれの 1 種または組合せから成ることもできるが、米国特許第 4,769,292 号及び同第 5,150,006 号明細書の教示に従う蛍光色素の 1 種または組合せを混合配位子アルミニウム (III) キレートとの組合せで混合することが特に意図される。

【0039】内部接合型有機 EL 素子のアノード及びカソードは、米国特許第 4,885,211 号明細書に記載されている各種形態のうちのいずれかのようになり、それぞれ便利な従来をいずれの形態をとることもできる。アルミニウムカソード及びマグネシウムカソードが、米国特許第 5,059,862 号明細書の主題である。考えられる別のカソードの構成が、米国特許第 5,073,446 号明細書に記載されており、そのカソードは、少なくとも 80% のインジウムとマグネシウムのような低仕事関数金属とを含有する融合金属粒子から構成されている。好ましい態では、該金属粒子の平均直径は 1  $\mu$ m 未満であり、また変動係数は 2.0 % 未満である。

【0040】カソードは少なくとも 1 種の低い (4.0 eV 未満の) 仕事関数金属を効率化のために含有しなければならないので、カソードは、低仕事関数金属を酸化する保護する構成から利益を得る。米国特許第 5,059,861 号明細書によって教示されているようにカソードを構成することが特に意図される。この配置では、有機媒体に接触しているカソードの部分は、仕事関数が 4.0 eV である金属を少なくとも 1 種含有する。カソードは、少なくとも 1 種のアルカリ土類金属または希土類金属を含有するキャッピング層をさらに含む。仕事関数が 4.0 eV であるカソード中の金属は、キャッピング層中のアルカリ土類金属または希土類金属よりも高い仕事関数を有するように選定される。

【0041】さらに、米国特許第 5,047,687 号明細書によって教示されているようにカソードを構成することが意図される。この構成では、カソードは仕事関数が 4.0 eV である (アルカリ金属以外の) 少なくとも 1 種の金属を含有し、また、有機電界発光媒体の少なくとも 1 種の成分、好ましくはスチルベンまたはキレート化オキシノイド化合物、及び仕事関数が 4.0~4.5 eV の範囲にある金属を含んで成るカソードの上を、保護層が被覆する。

【0042】成分 102~116 を含んで成る従来の有機 EL 素子を図 1 に示す。基本的に、素子のアノード 102 は、透明基板 104 と薄い透明導電層 106 から構成される。アノードの上にあり、これと接しているのは、アノードに接している正孔注入及び輸送帯域 110、並びに該帯域 110 との接合部 114 を形成する電子注入及び輸送帯域 112、によって形成されている有機媒体 108 である。電子注入及び輸送帯域はカソード 116 に接している。

【0043】動作時には、カソード 116 にアノード 102 に対して負の電位をバイアスすると、正孔が、有機正孔注入及び輸送帯域 110 の中へそのアノードとの界面で注入され、そしてこの帯域を横断して接合部 114 へ輸送される。同時に、電子が、電子注入及び輸送帯域 112 の中へそのカソード 116 との界面で注入され、そして注入された電子は接合部の方へ輸送される。電子注入及び輸送帯域内部の接合部 114 の付近で正孔と電子の再結合が起こり、その結果電子注入及び輸送帯域内で電界発光が生じる。発光の色相は、電子注入及び輸送帯域の組成によって決まる。発せられた光は、有機 EL 素子からいずれの方向へも、すなわち有機媒体の縁部、カソード及び/またはアノードを通して、出ていくことができる。図示した構成では、これが最も普通の構成ではあるが、透明アノードを通して主発光が起こる。

【0044】従来の有機 EL 素子の電子注入及び輸送帯域 112 は、引用した従来技術に記載されている様々な態様のうちのいずれをとることもできるが、該帯域 112 が米国特許第 5,150,006 号明細書中の金属オキシノイ



ド電荷受容性化合物を使用すると最良の性能が実現される。

【0045】図1の成分102~124を包含する好ましい構成では、正孔注入及び輸送帯域は、アノードに接している正孔注入層118、並びに該正孔注入層と電子注入及び輸送帯域との間に挿入されている隣接した正孔輸送層120から成る。先に引用した従来技術によって、1層及び2層の正孔注入及び輸送帯域が例示されている。特に好ましい正孔輸送層120は、少なくとも2個の第三アミン部分を含んで成る正孔輸送性芳香族第三アミンを含有し、また少なくとも2個の縮合芳香族環を含有する芳香族部分を第三アミンの窒素原子に結合して含む。

【0046】電子注入及び輸送帯域112は、カソードに接している電子注入層122、並びに該層122と正孔注入及び輸送帯域110との間に挿入されている隣接した電子輸送層124を含んで成る。電子輸送層は、正孔注入及び輸送帯域110と接合部114を形成する。

【0047】電子注入層は、電子注入層及び輸送帯域112を形成するために従来より用いられている材料のいずれによっても形成することができる。例えば、電子注入層は、引用した従来技術のいずれかに記載されている有機EL素子の電子注入及び輸送帯域を形成するために用いられるいずれの材料から形成してもよい。

【0048】電界発光の原因となるのは有機媒体108を断断して維持される電位勾配であるため、出来る限り薄い有機媒体を用いて有機EL素子を構成することによって、電界発光を実現するための素子のアノードとカソードの間の電位差を最小にすることができる。それゆえ、実用上最も薄い厚さの有機媒体が好ましい。典型的には、有機媒体の厚さは1nm未満、好ましくは5000オングストローム未満である。有機媒体108の最小厚は、成分の帯域及び層の最小厚によって決まる。発光のクエンチングを防止するためには、カソード116と接合部114を少なくとも300オングストロームは離して分ける必要がある（すなわち、電子注入及び輸送帯域112の厚さは少なくとも300オングストロームであることが好ましい）。構成方式に対し唯一残っている制限は、連続層を保証するのに要する層の最小厚である。層118、層120、層122及び層124の各々は、少なくとも20オングストロームの厚さを有し、好ましくは少なくとも50オングストロームを有する。それゆえ、正孔注入及び輸送帯域110も非常に薄くできるが、この帯域の厚さもまた少なくとも300オングストロームであることが好ましい。

【0049】カソードに隣接した層を形成するために用いることができる、さらに別の薄層形成電子注入及び輸送帯域化合物は、蛍光増白剤、特に米国特許第4,539,507号明細書やChemistry of Synthetic Dyesの第5版（1971年、第618-637及び640頁）に記載されているも

のである。薄層形成性ではないものは、末端環の一方または両方に脂肪族部分を結合させることによって、薄層形成性にすることができる。

【0050】本発明の好ましい態様では、ボルフィリン系化合物が有機EL素子の正孔注入層118を形成する。ボルフィリン系化合物は、ボルフィリン構造由来の、またはボルフィリン構造を含む、天然または合成のいずれかの化合物である。米国特許第3,935,031号または同第4,356,429号明細書に記載されているいずれのボルフィリン系化合物を使用してもよい。

【0051】有機EL素子の正孔輸送層120は、好ましくは、少なくとも1種の正孔輸送性芳香族第三アミンを含有する。該アミンは、炭素原子にのみ結合されている少なくとも1個の三価窒素原子を含有する化合物であって、その炭素原子のうちの少なくとも1個が芳香族環の員である化合物であると理解される。一つの態様では、芳香族第三アミンは、アリールアミン、例えばモノアリールアミン、ジアリールアミン、トリアリールアミンまたはポリマーのアリールアミンであることができる。例示的なモノマーのトリアリールアミンが、Klupfelらの米国特許第3,180,730号明細書に記載されている。ピニル基やビニレン基で置換され、及び/または少なくとも1個の活性水素含有基を含有する、その他の適当なトリアリールアミンが、米国特許第3,567,450号及び同第3,658,520号明細書に記載されている。

【0052】好ましい種類の芳香族第三アミンは、少なくとも2個の芳香族第三アミン部分を含むアミンである。この種類は、米国特許第4,175,960号及び同第4,539,507号明細書に記載されている。

【0053】米国特許第5,061,569号及び同第5,150,005号明細書の教示によると、アミンのアリール基の1個以上を置換することによって、短期間動作及び長期間動作の両方で、より高い有機EL素子安定性を実現することが可能である。置換された基は、少なくとも2個の縮合芳香族環を含有する芳香族部分によって上記の芳香族第三アミン中の第三窒素原子に直接結合してもよい。

【0054】

【実施例】

化合物の製法

表I~IVに記載した化合物1~39の製法と特徴を以下に記載する。以下の実施例は、本発明をさらに理解するために提供するものである。

【0055】化合物及び実施例1

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン (10 mmol, 1.59 g) の無水トルエン (10mL) 溶液を、トリイブチルアルミニウム溶液 (5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 mL) にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観測され、そして10分後、その混合物に安息香酸 (5 mmol, 611 mg) の無水トルエン (10mL) 溶液をアルゴン下に加えた。反応混合物を加熱して3時間穏やかに

17

還流させると、その間に黄色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、その生成物を濾過して集めた。その濾液を50%体積にまで濃縮し、0℃に冷却し、そして生成した沈澱物を集めるとさらに試料が得られた。生成物は黄色粉末(2.28g)として得られ、98%の収率を示した。

#### 【0056】化合物及び実施例5

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン(10 mmol, 1.59 g)の無水トルエン(10ml)溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液(5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 ml)にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観察され、そして10分後、その混合物に無水4-フェニル安息香酸(5 mmol, 911 mg)をアルゴン下で直接加えた。反応混合物を加熱して3時間穏やかに還流させると、その間に黄色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、その生成物を濾過して集めた。その濾液を50%体積にまで濃縮し、0℃に冷却し、そして生成した沈澱物を集めるとさらに試料が得られた。生成物は黄色粉末(2.70 g)として得られ、99%の収率を示した。

#### 【0057】化合物及び実施例2~4、7、14~15、17、19~27

これらの化合物は、化合物1について採用した手順と類似の手順で製造したが、但し、表1に記載したような適当な配位子(LH)を使用した。

#### 【0058】化合物及び実施例6、8~13、16、18

これらの化合物は、化合物5について採用した手順と類似の手順で製造したが、但し、表1に記載したような適当な配位子(LH)を使用した。

#### 【0059】化合物及び実施例28

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン(10 mmol, 1.59 g)の無水トルエン(10ml)溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液(5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 ml)にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観察され、その反応混合物を加熱して3時間穏やかに還流させると、その間にベージュ色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、アルゴン下で、その生成物を濾過して集めた。その濾液を50%体積にまで濃縮し、0℃に冷却し、そして生成した沈澱物を集めるとさらに試料が得られた。それを175℃/0.001 torrで39時間昇華させると、生成物がベージュ色の若干空気感受性の粉末(1.42 g)として得られ、77%の収率を示した。

#### 【0060】化合物及び実施例29

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン(4 mmol, 6.54 g)の無水トルエン(175 ml)溶液を、トリフェニルアルミニウム(20.56 mmol, 5.31 g)にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観察され、そしてその反応混合物を加熱して12時間還流させると、その

18

間に黄色の沈澱物が生成した。反応混合物をアルゴン下で中孔フリットを通して高温濾過し、そしてその濾液を-20℃に冷却した。生じた沈澱物を濾過して集めると、生成物が若干空気感受性の黄色微結晶(4.6g)として得られ、53%の収率を示した。

#### 【0061】化合物及び実施例30

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン(10 mmol, 1.59 g)の無水トルエン(10ml)溶液を、ジエチルアルミニウムクロリドの溶液(5 mmol, 1.0Mの無水ヘキサン溶液5 ml)にアルゴン下で、-78℃において加えた。激しい気体発生が観察され、そしてその反応混合物を22℃まで温めさせた後、加熱して10時間還流させると、その間に黄色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、アルゴン下で、その生成物を濾過して集めた。それを185℃/0.001 torrで24時間、続いて210℃/0.001 torrで24時間昇華させると、生成物が黄色の若干空気感受性の粉末(150 mg)として得られ、8%の収率(最適化されていない)を示した。

#### 【0062】化合物及び実施例31

フェニルセネノール(6.37 mmol, 1.0g)を、化合物28(6.37 mmol, 2.55 g)の無水トルエン(75ml)溶液にアルゴン下で加えた。その混合物を加熱して80時間還流させた後、50%体積にまで濃縮した。その混合物を加熱して還流させ、すべての沈澱した固体を溶解させ、-20℃に冷却し、そして得られた沈澱物を濾過して集めた。生成物は、空気感受性の黄色の微結晶(1.70 g)として得られ、54%の収率を示した。

#### 【0063】化合物及び実施例32

リチウムトリエチルポロヒドリド(1.0 M)のTHF溶液(5 ml)及びジフェニルジテリド(2.5 mmol, 1.02 g)から現場で生成させたリチウムフェニルテリド(5 mmol)のTHF溶液を、化合物30(5 mmol, 1.89 g)の無水トルエン(100 ml)溶液にアルゴン下で加えた。その反応混合物を22℃で16時間攪はんし、濾過し、そしてその濾液を50%体積にまで濃縮して-20℃に冷却した。生成した沈澱物を集めると、生成物が淡黄色の空気感受性結晶(1.4g)として得られ、51%の収率を示した。

#### 【0064】化合物及び実施例33

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン(10 mmol, 1.59 g)の無水トルエン(10ml)溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液(5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 ml)にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観察され、そして10分後、その混合物に無水トリメチンボレート(5 mmol, 1.22 g, 1.06M)をアルゴン下で加えた。その反応混合物を加熱して6時間穏やかに還流させると、その間に黄色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、その生成物を濾過して集めた。その濾液を25%体積にまで濃縮し、0℃に冷却し、そして生成した沈澱物を集めるとさらに試料が得ら

れた。生成物は黄色の粉末 (2.00 g) として得られ、90%の収率を示した。

#### 【0065】化合物及び実施例3.4

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン (5 mmol, 795 mg) の無水トルエン (10ml) 溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液 (5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 ml) にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観測され、そして10分後、その混合物に安息香酸 (10mmol, 1.22 g) の無水トルエン (20ml) 溶液をアルゴン下で加えた。その反応混合物を加熱して3時間穏やかに還流させると、その間に黄色の沈澱物が生成した。溶剤を蒸発させると、生成物が黄色の粉末 (2.1g) として得られ、99%の収率を示した。

#### 【0066】化合物及び実施例3.5

4-フェニルフェノール (10mmol, 1.7g) の無水トルエン (50ml) 懸濁液を80℃に加熱した後、カニユレを使用し、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液 (5 mmol, 1.0 Mの無水トルエン溶液5 ml) にアルゴン下で移した。激しい気体発生が観測され、そしてその混合物を30分間攪はんし、その後、再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン (5 mmol, 795 mg) の無水トルエン (10ml) 溶液をアルゴン下で加えた。その反応混合物を加熱して16時間穏やかに還流させると、その間に白色の沈澱物が生成した。濾過すると、生成物が白色の粉末 (1.94 g) として得られ、74%の収率を示した。

#### 【0067】化合物及び実施例3.6

この化合物は、化合物3.4と同様にして得られたが、但し、表IIIに記載したようにフェノールを使用した。

#### 【0068】化合物及び実施例3.7

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン (10 mmol, 1.59 g) の無水トルエン (10ml) 溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液 (5 mmol, 1.0Mの無水ト

ルエン溶液5 ml) にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観測され、そして10分後、その混合物に無水4,4'-ビフェノール (2.5 mmol, 465mg) をアルゴン下で直接加えた。反応混合物を加熱して3時間穏やかに還流させると、その間にクリーム色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、その生成物を濾過して集めた。生成物はクリーム色の粉末 (2.01 g) として得られ、92%の収率を示した。

#### 【0069】化合物及び実施例3.8

この化合物は、化合物3.7と同様にして得られたが、但し、表IVに記載したようにテレフタル酸を使用した。

#### 【0070】化合物及び実施例3.9

再結晶化した8-ヒドロキシ-2-メチルキノリン (10 mmol, 1.59 g) の無水トルエン (10ml) 溶液を、トリ-*i*-ブチルアルミニウムの溶液 (5 mmol, 1.0Mの無水トルエン溶液5 ml) にアルゴン下で加えた。激しい気体発生が観測され、そして10分後、その混合物に無水フェニルボロン酸 (2.5 mmol, 305 mg) をアルゴン下で加えた。反応混合物を加熱して6時間穏やかに還流させると、その間にクリーム色の沈澱物が生成した。混合物を0℃に冷却した後、その生成物を濾過して集めた。その濾液を50%体積まで濃縮し、0℃に冷却し、そして生成した沈澱物を集めることによってさらに試料が得られた。生成物はクリーム色の粉末 (1.82 g) として得られ、90%の収率を示した。

#### 【0071】化合物の特性決定

調製した化合物を分析し、そして理論組成物と比較して表Vに示した。これらのデータによって目的の化合物が合成されたことが確認された。

#### 【0072】

【表1】

表V：元素分析

化合物 理 論 値

初 期 粉 末

昇 華 後 粉 末

(実測値)

(実測値)

	%N	%C	%H	%N	%C	%H	%N	%C	%H
1	6.03	69.82	4.56	6.17	69.83	4.53	6.02	69.66	4.55
2	5.85	70.29	4.85	5.83	70.39	4.88			
3	5.67	68.01	4.69	5.94	63.66	4.49			
4	5.18	73.33	4.66	4.55	71.92	5.10			
5	5.18	73.33	4.66	5.14	73.33	4.88	5.67	72.93	4.81
6	8.28	68.63	5.16	7.66	65.99	5.30			
7	6.65	74.16	4.79	6.51	73.86	4.85			
8	8.58	68.71	4.12	8.10	67.26	4.33			
9	5.26	63.16	3.79	5.09	62.44	4.02			
10	5.44	72.37	4.51	4.64	74.45	5.26	5.51	71.34	4.57
11	5.28	70.18	4.37	5.48	71.11	4.87			
12	4.96	74.46	4.46	4.46	72.52	4.73			
13	9.03	67.09	4.33	9.10	63.36	4.09			
14	6.96	65.67	4.76	6.38	64.66	4.98	6.03	69.82	4.56
15	6.14	57.90	3.53	5.62	57.16	4.10	6.16	58.02	3.65
16	5.60	62.39	4.23	5.06	60.05	4.84	5.62	62.49	4.32
17	5.69	51.22	3.28	5.13	48.19	3.81	5.59	50.45	3.83
18	5.00	68.57	4.68	3.33	65.22	4.80	7.83	68.22	4.54
19	4.53	73.77	5.05	4.40	73.74	5.15	4.50	72.87	5.02
20	3.31	79.41	5.12	3.18	78.67	5.35			
21	6.73	69.22	6.05	6.22	69.72	6.18	6.86	70.90	6.34
22	6.22	71.99	5.15	5.96	68.49	5.15	6.10	58.71	4.23
23	9.31	69.17	4.91	8.58	68.69	5.15			

[0073]

【表2】

表 V (続き)

化合物	理 論 値			初 期 粉 末 (実測値)			昇 華 後 粉 末 (実測値)		
	% N	% C	% H	% N	% C	% H	% N	% C	% H
24	5.32	59.33	3.06	5.04	61.14	3.45	5.44	59.51	3.09
25	7.59	71.60	4.37	6.82	71.76	4.91			
26	7.38	69.58	4.25	6.71	68.98	4.78			
27	6.19	69.01	4.68	6.90	65.38	4.79	7.85	67.69	4.58
28	7.00	71.98	6.29	5.57	69.21	6.81	6.89	71.22	6.34
30	7.40	63.42	4.26	7.13	62.07	4.54	7.51	64.38	4.44
31	5.61	62.54	4.24	5.69	62.36	4.40			
32	5.11	56.98	3.86						
34	3.28	67.45	4.25	3.06	65.61	4.63	6.01	69.79	4.64
35	2.68	78.00	5.01	2.61	79.62	5.43			
36	3.77	71.15	4.89	3.66	63.68	4.94	6.36	71.28	4.90
37	6.43	71.72	4.63	5.92	70.19	5.13			
38	6.59	67.76	4.26	4.66	59.67	4.81			

ホウ素を含む化合物

	理 論 値				初 期 粉 末 (実測値)			
	% N	% C	% H	% B	% N	% C	% H	% B
33	6.31	62.19	4.99	2.43	5.28	58.39	5.35	2.20
39	6.95	68.50	4.62	1.34	5.45	63.02	5.06	1.40

【0074】次の仕事は、これらの化合物が、その最初の構造を保持しながら真空蒸発できることを決定することであった。分解することなく真空蒸発できる化合物については、この手順は物質を精製する望ましい効果を有する。この技法では、粉末試料を磁製ボートに入れた後、それを直径2.54cmの Pyrex (商品名) 管内に挿入し、管内にアルゴンを約2 torrの圧力で流しながら、管の中央部を管内で加熱した。各々の試料をこのように処理した。蒸気相から凝縮した固体を分析し、その結果を表Vに報告した。

#### 【0075】化合物の有機EL素子用途

##### 実施例40～49 有機EL素子

本発明の要件を満たす一連の有機EL素子を以下のように構築した。

(a) インジウム錳酸化物 (ITO) を被覆したガラス基板を、市販の洗剤で超音波洗浄し、脱イオン水でリンシ、トルエン蒸気で脱脂し、そして強酸化剤にさらした。

(b) タンタルのボートから真空蒸発させることによって、基板表面のITO上に、厚さ375オングストロームの銅フタロシアニン (CuPc) の正孔注入層を蒸着させた。

(c) 同様にタンタルのボートから真空蒸発させることによって、CuPc層の上に、厚さ375オングストロームの4, 4'-ビス [N-(1-ナフチル) -N-フェニルアミノ] ビフェニルの正孔輸送層を蒸着させた。

(d) 正孔輸送層の上に、本発明の電子輸送層 (300オングストローム) を蒸着させた。この化合物もまた、タンタルのボートから真空蒸発させた。

(e) 同様にタンタルのボートから真空蒸発させることによって、電子輸送層の上に、厚さ300オングストロームのアルミニウムトリソキシンの電子注入層を蒸着させた。

(f) アルミニウムトリソキシンの層の上に、厚さ2000オングストロームの、Mg : Agの原子比が10 : 1のカソードを真空蒸着で形成させて、有機EL素子を完成した。

【0076】セルの性能結果を以下の表VIにまとめて記録した。

【0077】

【表3】

実施例	化合物	25 表 VI 発光極大 (nm)	電界発光効率 (W/A)
		25	
40	1	488	0.016
41	2	497	0.014
42	5	510	0.019
43	6	504	0.029
44	10	504	0.017
45	15	514	0.009
46	16	503	0.010
47	19	480	0.022
48	20	478	0.024
49	30	515	0.012

【0078】有機EL素子の動作を、効率（電流1アンペア当たりの発光ワット数で測定）、初期の光出力（初期強度：ミリワット/cm<sup>2</sup>）及び安定性（20mA/cm<sup>2</sup>の一定電流で動作させた場合に、初期の光出力がその初期強度の半分にまで低下するのに要する時間で測定）について表VIIにまとめた。

【0079】

【表4】

実施例	化合物	表 VII 初期光出力 (mW/cm <sup>2</sup> )	1/2 I L O (時)
		初期光出力	
40	1	0.32	170
41	2	0.28	125
42	5	0.38	300
44	10	0.34	325
47	19	0.44	25
48	20	0.48	50
49	30	0.24	70

\*  
表 VIII

実施例	化合物	ドーパント 体積%	発光極大* (nm)	電界発光効率 (W/A)
50	1	0.5	482.450	0.019
51	1	1	482.450	0.017
52	19	0.5	450.482	0.023
53	19	1	450.482	0.025
54	19	2	450.482	0.017

【0084】\* ベリレンの発光スペクトルは二つの主ピークを含んだ。優勢のピークを最初に記した。

【0085】表VIIIから明らかなのは、実施例40を基準として、0.5~3 モル%の範囲のすべてのベリレン濃度が、実施例50~54の有機EL素子の発光色相をより短波長側へシフトさせるのに有効であったことであ

\* 【0080】安息香酸とその誘導体から選択されたLHを有する各有機EL素子は、初期効率及び光出力の両方の点において満足できるものと考えられた。50時間後に初期光出力の少なくとも半分を維持できることを、最低限度の許容できる安定性の目安とした。LHがトリフェニルシラノールまたはトリス(4, 4'-ビフェニル)シラノールである同じ種類の金属キレートは、青緑発光性であり、その上効率レベルがより高い化合物をまとらした。

10 【0081】性能と色度の両方を考慮すると、メチル置換またはフェニル置換した安息香酸配位子によって最良の全体性能が実現されたことがわかる。メチル置換基は低級アルキル（炭素原子1、2または3個）置換基を表し、またフェニル置換基はフェニル、ビフェニル及びナフチル置換基の性能を代表すると考えられる。

【0082】実施例50~54

発光層中に導入された青色蛍光ドーパントを含む電界発光素子

実施例40にあるように一連の有機EL素子を構築したが、但し、実施例40を基準として、実施例40に記載した層に、0.5~3 モル%の範囲の量のベリレンをドーブした。その結果を以下の表VIIIにまとめた。

【0083】

【表5】

る。図7は、ベリレンによって付与される青方向への色相移動を示している。濃度範囲は0.2~3 モル%が好ましく、また0.5~2 モル%が最適範囲である。

【0086】

【発明の効果】本発明の新規組成物は、新規EL素子において青色発光する安定な化合物を提供する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の好ましい要件を満たす有機EL素子の概略図である。

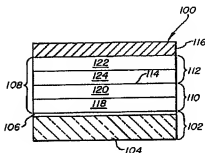
【符号の説明】

100…有機電界発光素子  
102…アノード  
104…透明基板  
106…透明導電層  
108…有機媒体

\* 110…正孔注入及び輸送帯域  
112…電子注入及び輸送帯域  
114…接合部  
116…カソード  
118…正孔注入層  
120…正孔輸送層  
122…電子注入層  
124…電子輸送層

\*

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 スティーブン アーランド パンスライク  
アメリカ合衆国、ニューヨーク 14625,  
ロチェスター、コリングスワース ドラ  
イブ 39  
(72)発明者 ヘンリー ジェームズ ギスリング  
アメリカ合衆国、ニューヨーク 14610,  
ロチェスター、ドーチェスター ロード  
23

(56)参考文献 特許3215510 (J P, B 2)  
特許3149991 (J P, B 2)  
特許3213063 (J P, B 2)

(58)調査した分野(Int. Cl., D B名)  
C08K 11/06  
H05B 33/14  
C07F 5/06  
CA (STN)  
REGISTRY (STN)